

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

10/069502

PCT/JP00/05844

30.08.00

日本国特許庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

REC'D 20 OCT 2000

WIPO PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application:

1999年 8月31日

出願番号
Application Number:

平成11年特許願第246299号

出願人
Applicant(s):

株式会社神戸製鋼所

JP00/05844

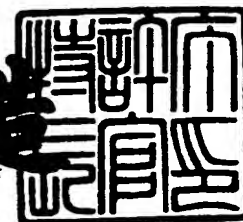
EKU

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年10月 6日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3080800

【書類名】 特許願

【整理番号】 25501

【提出日】 平成11年 8月31日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C07C 15/24

【発明の名称】 2, 6 - ジメチルナフタレンの製造方法

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

【氏名】 山本 浩司

【発明者】

【住所又は居所】 神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

【氏名】 山本 誠一

【発明者】

【住所又は居所】 神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

【氏名】 田中 丈晴

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府中央区備後町 4 丁目 1 番 3 号 株式会社神戸製鋼
所 大阪支社内

【氏名】 元行 正治

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府中央区備後町 4 丁目 1 番 3 号 株式会社神戸製鋼
所 大阪支社内

【氏名】 吉田 紳吾

【特許出願人】

【識別番号】 000001199

【住所又は居所】 神戸市中央区脇浜町 1 丁目 3 番 1 8 号

【氏名又は名称】 株式会社神戸製鋼所

【代理人】

【識別番号】 100067828

【弁理士】

【氏名又は名称】 小谷 悦司

【選任した代理人】

【識別番号】 100075409

【弁理士】

【氏名又は名称】 植木 久一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012472

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 2, 6-ジメチルナフタレンの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 2, 6-ジメチルナフタレンを含有するジメチルナフタレン含有混合物に冷却晶析を施し、固液分離して得られた固体成分を溶剤で処理することにより、高純度 2, 6-ジメチルナフタレンを製造する方法であって、

冷却晶析後の固液分離を圧搾濾過にて行うことを特徴とする 2, 6-ジメチルナフタレンの製造方法。

【請求項 2】 前記ジメチルナフタレン含有混合物がジメチルナフタレン異性体の混合物である請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】 10 kg/cm^2 以上の圧力で圧搾濾過を行う請求項 1 または 2 に記載の製造方法。

【請求項 4】 2, 7-ジメチルナフタレンの含有量が 5 重量%以上であるジメチルナフタレン含有混合物を出発原料とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 5】 2, 6-ジメチルナフタレンの含有量が 25 重量%未満のジメチルナフタレン含有混合物に対して冷却晶析を行う請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 6】 2, 6-ジメチルナフタレンの純度が 80%以上である上記固体成分を溶剤で洗浄し、次いで固液分離と蒸留を行うことにより 99%以上の高純度 2, 6-ジメチルナフタレンを得る請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 7】 洗浄に用いる溶剤が、炭素数 5 ~ 10 の脂肪族炭化水素および／又は脂環族炭化水素である請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ポリエステルなどの製造に用いられる 2, 6-ナフタレンジカルボン酸の原料等として有用な 2, 6-ジメチルナフタレンの製造方法に関するもの

である。

【0002】

【従来の技術】

ポリエチレンナフタレートを主体とする繊維やフィルム等の製造に用いられるポリエチレンナフタレートが優れた特性を発揮するには、重合原料のモノマー成分たる2, 6-ナフタレンジカルボン酸が高純度のものであることが必要であり、従って該モノマー成分を得るための2, 6-ジメチルナフタレン（以下、メチル基の置換位置を問わずにジメチルナフタレンを言うときはDMNと略記する）も高純度であることが要望されている。尚、DMNには10種類の異性体が存在し、2, 6-DMNとしては他の9種類の異性体等をほとんど含まない高純度のもの（できれば99%以上）を用いることが望まれている。

【0003】

上記2, 6-DMNの製造方法には、オルトキシレンとブタジエンから1, 5-DMNを製造し、それを異性化して得られる異性体混合物から2, 6-DMNを分離する方法や、ナフタレンまたはメチルナフタレンをメチル化した後に異性化し分離する方法等があり、更にはタール留分や石油留分から分離する方法等もある。但し、これらの留分や生成物は2, 6-DMN以外の多くの異性体を含むDMN異性体含有混合物である為、このDMN異性体含有混合物から2, 6-DMNを分離する必要がある。しかしながら、DMN異性体の沸点は非常に近接しており、有機化合物の分離精製に汎用されている蒸留操作だけで2, 6-DMNを高純度に精製することは困難である。

【0004】

そこで、この2, 6-DMNの分離方法として、結晶化による方法や吸着による方法が提案されており、更には、ある種の有機化合物を用いて錯体を形成させて分離した後、この錯体を分解する方法や、これらの方法を組み合わせた方法等が提案されている。結晶化による冷却晶析法は、10種類のDMN異性体の中で2, 6-DMNの凝固点が最も高いという特性を利用するものであり、上記の方法の中では、冷却晶析法が最も簡便で、工業的分離方法として適している。但し、冷却晶析法のみで2, 6-DMN純度を99%以上の高純度まで高めるのは難

しく、これに溶剤による処理などのプロセスを組み合わせる用いるのが一般的である。例えば特開昭48-5767号公報、特開昭48-22449号公報、特公昭50-22553号公報では、DMN異性体混合物を冷却晶析した後、吸引濾過により固液分離し、得られた固体成分を溶剤で溶解させ冷却晶析する方法が開示されている。しかしながら、これらの先行技術は、10種類のDMN異性体の中で、2, 6-DMN、1, 6-DMN、1, 5-DMNといった相互に異性化し易く、且つ分離し易いDMNを主体としたDMN混合物を出発原料としており、2, 6-DMNとの分離が困難な2, 7-DMNの量を5モル%（ほぼ5重量%と同量）未満に限定した特別なDMN混合物を用いるものである。通常のDMN製造工程で得られるDMN異性体含有混合物は、2, 7-DMNを5重量%以上含有することが一般的であり、前記先行技術に基づいて、2, 7-DMNを5重量%以上含有するDMN異性体含有混合物を出発原料として用いた場合には、高純度な2, 6-DMNを得ることは困難であった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記事情に着目してなされたものであって、2, 7-DMNを5重量%以上含有するDMN異性体含有混合物を出発原料として用いた場合であっても、高純度な2, 6-DMNを得ることのできる2, 6-DMNの製造方法を提供しようとするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決することのできた本発明の2, 6-DMN製造方法とは、2, 6-DMNを含有するDMN含有混合物に冷却晶析を施した後、固液分離し、得られた固体成分を溶剤で処理することにより、高純度2, 6-DMNを製造する方法であって、冷却晶析後の固液分離を圧搾濾過にて行うことを要旨とするものであり、上記DMN含有混合物としては、DMN異性体の混合物であっても、DMN以外の成分を含んでいてもよい。

【0007】

本発明方法において圧搾濾過の際の圧力は、 10 kg/cm^2 以上が望ましく

、本発明方法を用いれば 2, 7-DMN の含有量が 5 重量%以上である DMN 混合物を出発原料としても高純度 2, 6-DMN を製造することができ、また 2, 6-DMN の含有量が 25 重量%未満の DMN 混合物に対して冷却晶析を行っても高純度 2, 6-DMN を製造することができる。特に、2, 6-DMN の純度が 80%以上である固体成分を溶剤で洗浄し、次いで固液分離と蒸留を行うことにより 99%以上の高純度 2, 6-DMN を得ることができる。

【0008】

尚、洗浄に用いる上記溶剤としては、炭素数 5～10 の脂肪族炭化水素および／又は脂環族炭化水素を用いることが好ましい。

【0009】

【発明の実施の形態】

2, 7-DMN を 5 重量%以上含む DMN 異性体含有混合物を出発原料として、冷却晶析・濾過により 2, 6-DMN を分離する場合、DMN 異性体含有混合物を冷却して結晶化せしめると DMN 異性体含有混合物のスラリー粘度が高くなり、このスラリーを吸引濾過して 2, 6-DMN を得ようとしても、母液との分離効率が悪く、高純度の 2, 6-DMN を得ることが困難である。

【0010】

本発明者らは、特に 2, 7-DMN を 5 重量%以上含む DMN 異性体含有混合物を出発原料に用い高純度 2, 6-DMN を得ることを最重要課題として鋭意研究を重ねた結果、冷却晶析後の濾過工程に、圧搾濾過を採用することにより、2, 7-DMN を 5 重量%以上含む DMN 異性体含有混合物を用いても高純度の 2, 6-DMN を製造することができることを見出し、本発明に想到した。

【0011】

圧搾濾過方法には、チューブプレス、フィルタープレス、プレートプレス、ケージプレス、ベルトプレス、スクリュープレス、円板プレス等の方法があるが、工業的規模で大量に生産するにあたっては、高い圧力で圧搾を行うことのできる圧搾濾過方法が望ましく、 100 kg/cm^2 以上の高圧力を付加することのできるチューブプレスが特に好ましい。

【0012】

なお、チューブプレスの基本原理は図 2 の (a) , (b) に示す通りであり、例えば、金網に炉布を巻いた孔あき円筒体 1 1 とその内側に設けられたゴム製円筒体 1 2 を同心状に配置し、両円筒体間の環状の隙間にスラリー 1 3 を供給し、上記ゴム製円筒体内に高圧液体を送入して前記孔あき円筒体 1 1 の外側に濾液を搾り出すことによりスラリー 1 3 の圧搾を行うものである。上記チューブプレスは、汚泥処理の分野等で利用されていたが、有機化学工業の分野では、生ゴム製のゴム膜が有機溶剤に溶けてしまうことから利用されなかった。但し、最近では上記ゴム膜として、有機溶剤に不溶性のフッ素系エラストマー（ポリフルオロカーボン；例えば、Du pont 社製「Viton」）が開発されており、本発明方法にもチューブプレスが適用可能である。

【 0 0 1 3 】

本発明において冷却晶析に供される DMN 異性体含有混合物としては、2, 7-DMN を 5 重量%以上含むものであっても差し支えないが、2, 6-DMN 濃度は 1 0 重量%以上のものが好ましく、出発原料の 2, 6-DMN 濃度が 1 0 重量%未満の場合には、2, 6-DMN 純度の低い DMN 異性体含有混合物を蒸留し、2, 6-DMN 濃度を 1 0 重量%以上に濃縮することが望ましい。

【 0 0 1 4 】

この DMN 異性体含有混合物を冷却晶析にかけ、得られたスラリーを圧搾濾過により固液分離を行い、高純度の 2, 6-DMN を得る。固体成分の DMN 異性体含有混合物結晶は溶剤中に投入して洗浄処理を行う。洗浄後のスラリー状結晶を遠心分離などの一般的な方法で固液分離し、分離された固体を蒸留操作にかけ、溶剤を除去することによって、高純度の 2, 6-DMN を得ることができる。

【 0 0 1 5 】

尚、冷却晶析後の DMN 異性体含有混合物中には、2, 6-DMN 以外にも 9 種の DMN 異性体や、その他のアルキルナフタレン類が、ほとんどの成分は液体の状態（一部は固体）で存在している。これらの異性体が固液分離後の結晶中に多く含まれると、その後の洗浄操作によっても高純度の 2, 6-DMN を得ることは困難である。高純度の 2, 6-DMN を得るためには、冷却晶析後の圧搾濾過によって、十分に固液分離を行うことが肝要である。従って、圧搾濾過時の圧

力は高ければ高い程よく、 10 kg/cm^2 以上が望ましく、 50 kg/cm^2 以上であればより望ましく、 80 kg/cm^2 以上であれば更に望ましい。

【0016】

この冷却晶析及び圧搾操作によってDMN異性体含有混合物中の2, 6-DMN純度を80%以上にまで高めることが望ましい。2, 6-DMN純度が80%以上のDMN異性体含有混合物中に液の状態で存在する不純物は、溶剤を用いた洗浄操作によって容易に除去することができ、最終的に99%以上の高純度を達成できる。この冷却晶析と圧搾濾過の操作を単段で行っただけでは、2, 6-DMNの純度が80%以上にならない場合には、冷却晶析と圧搾濾過の操作を繰り返し（多段で行い）、DMN異性体含有混合物結晶中の2, 6-DMN純度を80%以上にまで高めることが望ましい。尚、2, 6-DMNと2, 7-DMNは構造や物性が似ているため、良く似た挙動を示し、固液分離後のDMN異性体含有混合物結晶中に固体の状態で存在する不純物の多くは2, 7-DMNであると考えられるが、2, 6-DMN純度を80%以上まで高め、結晶中の2, 7-DMN濃度を低くしておけば、液体で存在する2, 6-DMN、2, 7-DMN以外のDMN異性体やアルキルナフタレン類が溶媒の働きをして2, 7-DMNを溶かすため、この2, 7-DMNの多くも他の液状で存在する不純物と同様に、容易に除去することができる。逆に、2, 6-DMN純度が80%未満であると、結晶で存在する2, 7-DMNが増えてしまい、洗浄だけで除去することが困難になる。そして、固液分離後のDMN異性体含有混合物結晶中に微量、固体の状態で残存する2, 7-DMNに関しても、2, 6-DMNと2, 7-DMNでは2, 7-DMNの方が溶剤に対する溶解度が大きく、2, 7-DMNが優先的に溶剤中に溶け出すため、溶剤を用いた洗浄操作によって、結晶中から2, 7-DMNを抽出除去することが可能である。

【0017】

本発明で洗浄操作に用いられる溶剤は、操作温度条件において液体であり、DMNとの分離が容易であれば特に制限はないが、脂肪族炭化水素や脂環族炭化水素が好適に用いられる。脂肪族炭化水素や脂環族炭化水素の炭素数は5～10が好ましく、例えばヘキサンやオクタン等が挙げられる。

【0018】

溶剤の使用量は2, 6-DMNを主たる成分とするDMN異性体含有混合物結晶に対して、重量にして1/3倍量～50倍量とすればよく、1倍量～5倍量であれば好ましい。また洗浄操作は、45～-10℃で行えば良く、5～30℃の温度範囲が好ましい。

【0019】

本発明において、圧搾により得られたDMN異性体含有混合物結晶は大きなブロック状の固まりであり、これをそのまま溶剤中に導入して洗浄を行うのは、固まりの内部にある不純物を取り除くことが難しく、効率が良くない。このため、洗浄槽の外部に循環ポンプを設置し、洗浄槽内のスラリーを循環させ、湿式破砕機を用いて洗浄に供するケーキを破砕することにより洗浄効率を上げることが望ましい。

【0020】

蒸留によって高純度2, 6-DMNから分離された溶剤や、固液分離によって分けられた溶剤は蒸留操作によって溶質を除去した後、洗浄操作に再利用することが可能である。

【0021】

図1は本発明の代表例を示す概略説明図であり、冷却晶析と圧搾濾過を2段にした場合の例である。

【0022】

原料であるDMN異性体含有混合物は、第1冷却晶析装置1に導入されて、2, 6-DMNの凝固点以下に冷却された後、第1圧搾濾過装置2に送られる。冷却により得られた晶析物は、ここで固液分離され、母液はポンプP1により系外または前工程に送給される。一方、結晶は第2冷却晶析装置3に送られ、1段目同様に冷却によって晶析され、その後、第2圧搾濾過装置4において固液分離される。ここで母液はラインL₁を介して第1冷却晶析装置1に返送される。また、結晶はラインL₂を介して、洗浄槽5へ送られる。上記結晶は洗浄槽5において、ラインL₃から導入される溶剤と混合され、攪拌洗浄される。攪拌洗浄中、洗浄槽内のスラリーは外部の湿式破砕機6に送られ、ケーキの破砕が行なわれた

後、洗浄槽 5 に戻される。攪拌洗浄後、スラリーはライン L_4 を介して次の固液分離工程に送られる。ここでは、遠心分離器を用いた例を示すが、その他の固液分離方法も適用可能である。遠心分離器 7 により固液分離された 2, 6-DMN ケーキはライン L_5 を介して溶融槽 8 に送られ、そこで溶融後、蒸留塔 9 によって溶剤成分と、製品である高純度 2, 6-DMN に分離される。高純度 2, 6-DMN ケーキはライン L_7 を介して製品として取り出される。一方、溶剤はライン L_8 からライン L_3 を介して洗浄槽 5 に返送される。また、遠心分離器 7 により分離された溶剤はライン L_9 を介して蒸留塔 10 に送られ、溶剤成分と、DMN 混合物成分に分離される。上記溶剤成分はライン L_3 を介して洗浄槽 5 に返送され、一方、上記 DMN 混合物成分はライン L_{10} を介して第 1 冷却晶析装置 1 に返送される。

【0023】

以下、本発明を実施例によって更に詳細に説明するが、下記の実施例は本発明を限定する性質のものではなく、前・後記の主旨に基づいて設計変更することはいずれも本発明の技術的範囲内に含まれるものである。なお以下の各実施例及び比較例における「%」は「重量%」である。

【0024】

【実施例】

実施例 1

表 1 に示す組成の原料 (DMN 異性体含有混合物) を 9°C にて結晶を析出させ、約 100 kg/cm^2 で圧搾濾過することにより、表 1 に示すような組成の DMN 異性体含有混合物ケーキを得た。この DMN 異性体含有混合物結晶 100 g とノルマルヘキサン 200 g を、攪拌機を取り付けたセパラブルフラスコにとり、温度 30°C で 1 時間攪拌した。その後、吸引濾過により結晶を分離した後、結晶の上からきれいな溶剤 100 g を注いだ。得られた結晶をガスクロマトグラフィーにより分析したところ表 1 に示す組成の結晶を得た。

———【0025】

【表 1】

組成 (重量%)	原料	冷却晶析・圧搾 濾過後ケーキ	冷却晶析・圧搾 濾過後濾液	洗浄後結晶 (実施例1)
2, 6-DMN	11.68	75.72	9.30	97.66
2, 7-DMN	12.03	10.54	12.09	2.34
他DMN異性体	26.23	6.01	6.01	検出下限以下
その他不純物	50.06	7.93	7.93	検出下限以下
合計	100.00	100.00	100.00	100.00

【0026】

尚、洗浄前のケーキ中の2, 6-DMNに対する収率は65.71%であった。
。本発明によれば、高純度の2, 6-DMNが高い収率で得られることが分かる。

【0027】

実施例2

表2に示す組成の原料(DMN異性体含有混合物)を1段目は15℃、2段目は70℃にて結晶を析出させ、夫々の冷却晶析後に約100kg/cm²で圧搾濾過を行ったこと以外は、実施例1と同様にして、表2に示すような組成のDMN異性体含有混合物ケーキと洗浄後結晶を得た。

【0028】

【表 2】

組成 (重量%)	原料	冷却晶析 1段後ケーキ	冷却晶析 1段後濾液	冷却晶析 2段後ケーキ	冷却晶析 2段後濾液	洗浄後結晶 (実施例2)
2, 6-DMN	11.68	58.00	11.21	80.04	52.61	99.16
2, 7-DMN	12.03	6.00	12.09	4.92	6.28	0.80
他DMN異性体	26.23	15.00	26.34	13.36	15.44	検出下限以下
その他不純物	50.06	21.00	50.35	2.58	25.66	0.04
合計	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

【0029】

洗浄前のケーキ中の2, 6-DMNに対する収率は65.05%であった。本
発明によれば、高純度の2, 6-DMNが高い収率で得られることが分かる。

【0030】

実施例 3

表 3 に示す組成の原料 (DMN 異性体含有混合物) を 1 段目は 3℃ で結晶を析出させ、遠心分離で固液分離後、2 段目は 65.8℃ にて結晶を析出させ、チューブプレスを用いて、操作圧力 1000 kg/cm² で圧搾濾過を行ったこと以外は、実施例 1 と同様にして、表 3 に示すような組成の DMN 異性体含有混合物ケーキと洗浄後結晶を得た。尚、チューブプレスにはアシザワ (株) 製 T P S - 1 [温度調節機能付き)、ろ過面積: 0.45 m²、内容量: 17 リットル] を用いた。

【0031】

【表 3】

組成 (重量%)	原料	冷却晶析 1 段後ケーキ	冷却晶析 1 段後濾液	冷却晶析 2 段後ケーキ	冷却晶析 2 段後濾液	洗浄後結晶 (実施例 3)
2, 6-DMN	10.98	41.1	8.0	95.56	35.73	100.00
2, 7-DMN	12.56	14.7	12.1	2.73	16.73	検出下限以下
その他不純物	76.50	44.3	79.9	1.71	47.50	検出下限以下
合計	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

【0032】

洗浄前のケーキ中の 2, 6-DMN に対する収率は 77.24% であった。本発明によれば、高純度の 2, 6-DMN が高い収率で得られることが分かる。

【0033】

実施例 4

表 4 に示す組成の原料 (DMN 異性体含有混合物) を 29℃ にて結晶を析出させ、約 100 kg/cm² で圧搾濾過を行ったこと以外は、実施例 1 と同様にして、表 4 に示すような組成の DMN 異性体含有混合物ケーキと洗浄後結晶を得た。

【0034】

【表 4】

組成 (重量%)	原料	冷却晶析・圧搾 濾過後ケーキ	冷却晶析・圧搾 濾過後濾液	洗浄後結晶 (実施例4)
2, 6-DMN	20.46	83.93	14.19	99.10
2, 7-DMN	10.53	4.74	11.72	0.78
他DMN異性体	22.45	4.32	25.49	0.12
その他不純物	46.56	7.01	48.60	検出下限以下
合計	100.00	100.00	100.00	100.00

【0 0 3 5】

洗浄前のケーキ中の 2, 6-DMN に対する収率は 6 6. 6 6 % であった。本発明によれば、高純度の 2, 6-DMN が高い収率で得られることが分かる。

【0 0 3 6】

比較例 1

表 5 に示す組成の原料 (DMN 異性体含有混合物) を 2 6 ℃ にて結晶析出させ、約 2 k g / c m² で加圧しながら吸引濾過を行ったこと以外は、実施例 1 と同様にして、表 5 に示すような組成の DMN 異性体含有混合物ケーキと洗浄後結晶を得た。

【0 0 3 7】

【表 5】

組成 (重量%)	原料	冷却晶析・圧搾 濾過後ケーキ	冷却晶析・圧搾 濾過後濾液
2, 6-DMN	21.95	37.74	15.09
2, 7-DMN	10.45	7.50	11.24
その他不純物	67.50	54.76	73.67
合計	100.00	100.00	100.00

【0 0 3 8】

得られた洗浄後結晶の 2, 6-DMN 純度は 7 0 % 未満であった。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明方法の代表例を示す概略説明図である。

【図 2】

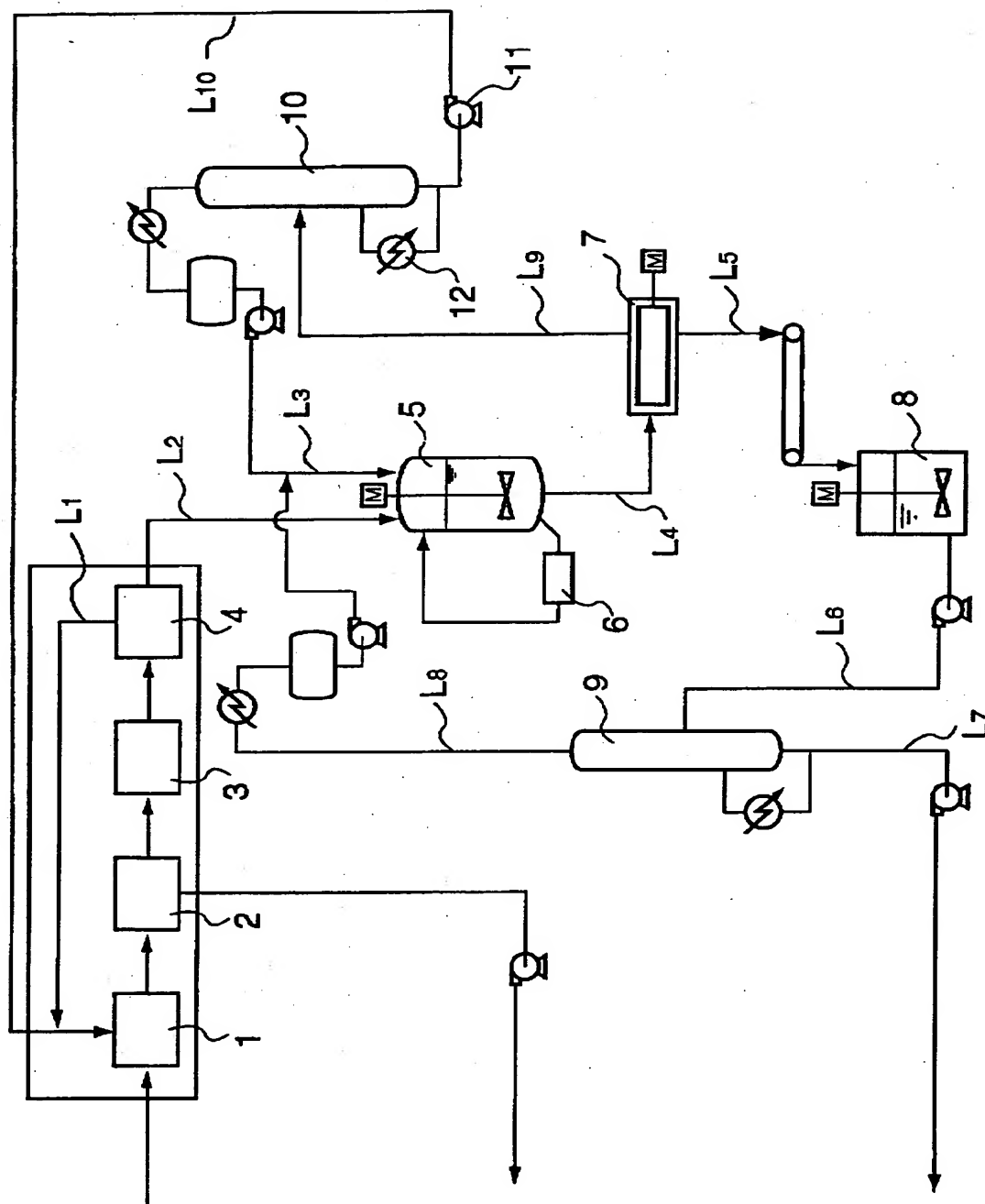
圧搾濾過の代表例であるチューブプレス方法を示す説明図である。

【符号の説明】

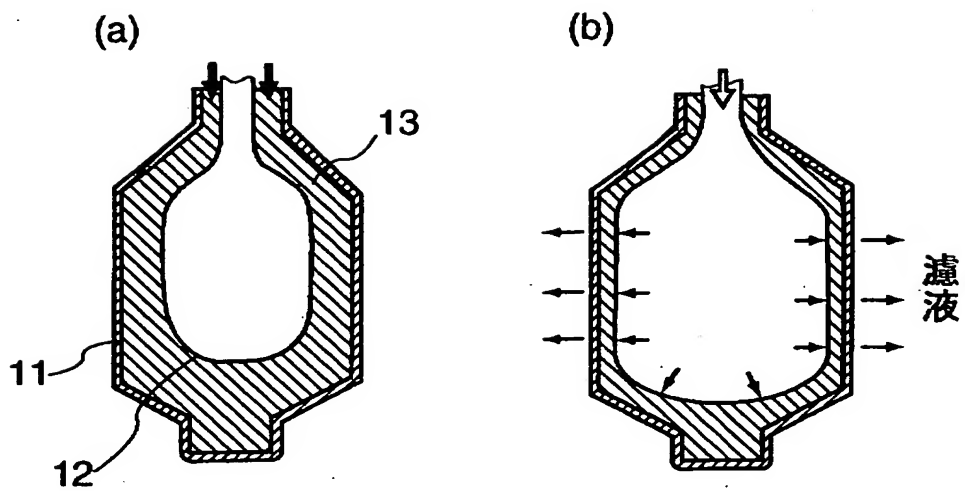
- 1 第 1 冷却晶析装置
- 2 第 1 圧搾濾過装置
- 3 第 2 冷却晶析装置
- 4 第 2 圧搾濾過装置
- 5 洗浄槽
- 6 湿式破碎機
- 7 遠心分離器
- 8 溶融槽
- 9 蒸留塔
- 1 0 蒸留塔
- 1 1 孔あき円筒体
- 1 2 ゴム製円筒体
- 1 3 スラリー

【書類名】 図面

【図 1】



【图 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 2, 7-DMNを5重量%以上含有するDMN異性体含有混合物を出発原料として用いた場合であっても、高純度な2, 6-DMNを得ることのできる2, 6-DMNの製造方法を提供する。

【解決手段】 2, 6-DMNを含有するDMN含有混合物に冷却晶析を施した後、固液分離し、得られた固体成分を溶剤で処理することにより、高純度2, 6-DMNを製造する方法において、冷却晶析後の固液分離を圧搾濾過にて行う。本発明方法において圧搾濾過の際の圧力は、 10 kg/cm^2 以上が望ましく、本発明方法を用いれば2, 7-DMNの含有量が5重量%以上であるDMN混合物を出発原料としても高純度2, 6-DMNを製造することができ、また2, 6-DMNの含有量が25重量%未満のDMN混合物に対して冷却晶析を行っても高純度2, 6-DMNを製造することができる。

【選択図】 図1

【書類名】 手続補正書

【整理番号】 25501

【提出日】 平成12年 8月29日

【あて先】 特許庁長官殿

【事件の表示】

 【出願番号】 平成11年特許願第246299号

【補正をする者】

 【識別番号】 000001199

 【氏名又は名称】 株式会社神戸製鋼所

【代理人】

 【識別番号】 100067828

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 小谷 悦司

【手続補正 1】

 【補正対象書類名】 特許願

 【補正対象項目名】 発明者

 【補正方法】 変更

 【補正の内容】

 【発明者】

 【住所又は居所】 神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

 【氏名】 山本 浩司

 【発明者】

 【住所又は居所】 神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

 【氏名】 山本 誠一

 【発明者】

 【住所又は居所】 神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

【氏名】 田中 丈晴

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市中央区備後町 4 丁目 1 番 3 号 株式会社神戸製鋼
所 大阪支社内

【氏名】 元行 正浩

【発明者】

【住所又は居所】 大阪市中央区備後町 4 丁目 1 番 3 号 株式会社神戸製鋼
所 大阪支社内

【氏名】 吉田 紳吾

【プルーフの要否】 要

【その他】 (誤記の理由) 本件特許出願に関し、発明者の一人である「元行 正治」について、願書を作成する際に発明者の氏名を誤記したまま提出されたものであります。正しい氏名は「元行 正浩」でありますので、何卒手続補正書の通り発明者の氏名の訂正をご容認下さる様お願い申し上げます。

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001199]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

氏 名 株式会社神戸製鋼所

THIS PAGE BLANK (USPTO)